

**MENU** **SEARCH** **INDEX** **JAPANESE**

1 / 1

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 60-065069

(43)Date of publication of application : 13.04.1985

(51)Int.Cl.

C09C 1/36  
// A61K 7/02  
C08K 9/04

(21)Application number : 58-172873

(71)Applicant : MITSUBISHI METAL CORP

(22)Date of filing : 21.09.1983

(72)Inventor : YOSHIZUMI MOTOHIKO  
SHIBUTA DAISUKE**(54) BLACK PIGMENT****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To provide a titanium oxynitride black pigment which is compatible with resins and has improved dispersibility, heat resistance and safety, by incorporating oxygen and nitrogen in a specified ratio.

**CONSTITUTION:** Titanium dioxide is reacted with ammonia to obtain a black titanium oxynitride powder contg. 4W35wt% oxygen and 2W20wt% nitrogen (with a weight ratio of O/N of 15W0.2). The oxygen and nitrogen contents of the titanium oxynitride vary depending on reaction temp., reaction time, NH3 flow rate, NH3 pressure, etc. Pref. the reaction temp. is 550W950° C. When the reaction temp. is lower than 500° C, the reaction does not progress and the powder is bluish grey, while when it exceeds 950° C, the powder is liable to be sintered and pigment characteristics are lowered. The reaction time varies depending on reaction temp., NH3 flow rate and NH3 pressure. With regard to NH3 pressure, the reaction progresses even under atmospheric pressure and a black powder can be obtd. However, when the reaction is carried out under a pressure of 2W3kg/cm2, the reaction rate and the nitrogen content are increased, so that a powder having a high blackness can be obtd.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-65069

⑬ Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	⑭ 公開 昭和60年(1985)4月13日
C 09 C 1/36		7102-4J	
// A 61 K 7/02		7306-4C	
C 08 K 9/04	CAM	6681-4J	審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 黒色顔料

⑯ 特 願 昭58-172873

⑰ 出 願 昭58(1983)9月21日

⑱ 発 明 者	吉 住 素 彦	浦和市大東3丁目16番19号
⑱ 発 明 者	渋谷 大 介	大宮市櫛引町1の787の4番地
⑲ 出 願 人	三菱金属株式会社	東京都千代田区大手町1丁目5番2号
⑳ 代 理 人	弁護士 松井 政広	

明 細 書

3. 発明の詳細な説明

1. 発明の名称

黒色顔料

2. 特許請求の範囲

1. 炭素4～35wt%、窒素2～20wt%(  
O/N重量比1.5～0.2)を含有する黒色酸化チタン粉末。

本発明は黒色の色調を有する酸化チタン粉末に関する。黒色顔料としては現在カーボンブラック粉末と四三酸化鉄粉末がある。カーボンブラック粉末は黒色度、着色力ともに優れているが、樹脂とのなじみが悪い、嵩が極めて大きいので取扱いがむづかしい、また極少量ではあるが、製造方法によっては原料から来る発癌性の3,4-ベンズピレンを伴うため、その安全性が問題となっている。

また、他の顔料に比べ、比表面積がはるかに大きいので、他の顔料と配合して用いると、不均一な分散になりやすいなどの欠点がある。

四三酸化鉄粉末は、磁性による凝集があり、分散性に劣る。耐熱性も劣り、大気中150℃付近で茶色の $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ へ酸化される。

他の黒色顔料としては低次酸化チタン粉末 $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$  ( $1 \leq n \leq 10$ )がある。これは二酸化チタン粉末をT1粉末または $\text{H}_2$ ガスにより1000℃以上の温度で還元して得られるが、焼

## 特開昭60-65069(2)

幼、粒子成長が著しく、顔料用としては不適な粗大粒子(1.0 $\mu$ m以上)となってしまうという基本的な問題がある。

本発明者等は二酸化チタンをアンモニアと反応させると、酸化物が得られ、この物は、組成の変化に従って、黒色、黒褐色、青黒色、紫黒色、青灰色にわたって、変化し、白色顔料の二酸化チタン粉末と同様に、従来黒色顔料の欠点とする樹脂とのなじみ、分散性、耐熱性、安全性に優れている。また、製造条件によって、比表面積をも変化させることができる。

本発明によれば、酸素4~35wt%、窒素2~20wt%(O/N重量比1.5~0.2)を含有する黒色酸化チタン粉末が提供される。

本発明の顔料粉末は、色調着色力ともに優れている。また前記のように製造条件を変えることにより、青、紫、紫、等の色調を有する黒色粉末が得られる。

特に有害物質を含まないので、食品用プラスチックの着色材、化粧品材として好適である。

また導電性(10~10<sup>-3</sup>Ωcm)を示し、導電材としての用途もある。

本発明の酸化チタンの酸素、窒素の含有量は反応の温度、時間、NH<sub>3</sub>流量、NH<sub>3</sub>圧力、等によって変化する。

反応温度は550℃~950℃の範囲が好ましく、500℃未満では反応が進まず、青灰色となる。950℃を越すと粉末の焼結が著しくなり、粒子が粗大化し、顔料特性が低下する。反応時間は、温度、NH<sub>3</sub>流量、NH<sub>3</sub>の圧力については、常圧でも、十分に反応が進行し、黒色粉末が得られるが、2~3kg/cm<sup>2</sup>Gに加压することによって、反応速度は大きくなり、しかも、酸素含有量が増加するため、黒色度の大きな粉末が得られた。

原料となる二酸化チタン粉末については、粒子が小さい(比表面積が大きい)ほど、処理時間は短く、黒色度の大きい粉末となった。

還元生成物は立方晶系N<sub>a</sub>C<sub>2</sub>型のみ、もしくは、立方晶系N<sub>a</sub>C<sub>2</sub>型と正方晶系ルチル型

または(アナターゼ型も一部含む)複合体からなっている。

## 実施例1

攪拌羽を有する反応炉(内径30cm、高さ130cm)に二酸化チタン粉末(東北化学社製、商標名TCA555、比表面積9.4m<sup>2</sup>/g(平均粒子径0.16 $\mu$ m)4kgを装入し、NH<sub>3</sub>ガスを炉内線速度3cm/secで流し、15rpmの攪拌速度で攪拌しながら、炉内温度800℃で6時間の反応を行った。回収した粉末は3.1kgであり、紫黒色を呈していた。黒色度はL値(スガ試験機(株)社製カラコンピュータ-SM-3で測定)12、比表面積は9.0m<sup>2</sup>/g(平均粒子径0.2 $\mu$ m)であった。また、酸素と窒素の含有はそれぞれO:20wt%、N:13wt%で、X線回折によれば、正方晶系/立方晶系の強度比は、1/20であった。

## 実施例2~4

装置と二酸化チタン粉末は同じで、その他の反応条件を変えて黒色粉末を得た。その結果を表1

特開昭60-65069(3)

表 1																
E x	還元条件							生成物特性								
	商標名	装入量 kg	温度 °C	時間 hr	攪拌 rpm	NH <sub>3</sub> ガス		収量 kg	色調	黒色度 L 値	比表面積 m <sup>2</sup> / g	平均 粒子径 μm	組成		X 線回折 立方晶系 / 正方晶系	
						炉内線速度							圧力	O wt %		N wt %
						cm/sec	kg/cm <sup>2</sup>									
1	TCA555	4	800	5	15	3	常圧	3.1	紫黒	12	9.9	0.2	20	13	1/20	
2	"	4	840	7	15	1	常圧	3.05	紫黒	14	9.0	0.4	11	10	立方晶系	
3	"	3	680	3	20	0	常圧	2.5	紫黒	18	8.2	0.2	32	4	5/5	
4	"	5	700	5	20	2	3	3.8	紫黒	10	8.4	0.2	18	17	1/10	
5	MT500B	3	750	5	15	3	常圧	2.25	紫黒	8	20	0.05	23	12	1/20	
6	"	3	780	4	15	2	1	2.2	紫黒	6	31	0.05	20	18	立方晶系	
7	"	3	800	4	20	2	1	2.0	紫黒	12	22	0.07	5	20	立方晶系	

に示す。

実施例 5 ~ 6

実施例 1 と同じ装置を用い、比表面積 40 m<sup>2</sup> / g (平均粒径 0.04 μm) の二酸化チタン粉末 (帝國化工社製、商標名 MT-500B) を反応条件を変えてアンモニアと反応させて黒色粉末を得た。その結果を表 1 に示す。

特許出願人 三菱金属株式会社

代理人 弁理士 松井政広